

# EUROPEAN PATENT OFFICE

## Patent Abstracts of Japan

PUBLICATION NUMBER : 2001003034  
PUBLICATION DATE : 09-01-01

APPLICATION DATE : 22-06-99  
APPLICATION NUMBER : 11175226

APPLICANT : KAO CORP;

INVENTOR : SAWADA TAKUYA;

INT.CL. : C09K 3/14 C01B 33/12 C11D 3/14

TITLE : ABRASIVE

ABSTRACT : PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain an abrasive improved in abrasive characteristics such as abrasiveness and scratch resistance and transparency by selecting an abrasive comprising a crystal having tridymite and/or cristobalite crystal phases.

SOLUTION: It is desirable from the view point of transparency that the rate of the tridymite crystal phase in the crystal is 50-100 wt.%, while it is desirable from the viewpoint of transparency that of the cristobalite crystal phase is 0-50 wt.%. It is desirable from the viewpoint of dispersibility and scratch resistance that the mean grain size of the crystal is 0.1-22  $\mu\text{m}$ . Further, it is desirable from the viewpoint of abrasiveness and scratch resistance that the crystallite size is 5-200 nm. To produce this crystal, it is possible to adopt a method comprising mixing a starting silica material with an alkali metal or alkaline earth metal compound such as calcium carbonate or sodium carbonate or the like and firing the mixture. It is suitable that the starting silica material is one that has a low content of impurities such as transition metals, etc., causing coloration and has an  $\text{SiO}_2$  content of at least 95 wt.%, and that the firing is carried out at 800-1,500°C for about 0.1 to 24 hr.

COPYRIGHT: (C)2001,JPO

(19) 日本国特許庁 (J P)

## (12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-3034

(P2001-3034A)

(43) 公開日 平成13年1月9日(2001.1.9)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	データベース(参考)
C 0 9 K 3/14	5 5 0	C 0 9 K 3/14	5 5 0 D 4 G 0 7 2
C 0 1 B 33/12		C 0 1 B 33/12	B 4 H 0 0 3
C 1 1 D 3/14		C 1 1 D 3/14	

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 4 頁)

(21) 出願番号	特願平11-175226	(71) 出願人	000000918 花王株式会社 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号
(22) 出願日	平成11年6月22日(1999.6.22)	(72) 発明者	阪口 英喜夫 和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所 内
		(72) 発明者	小寺 孝範 和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所 内
		(74) 代理人	100096832 弁理士 細田 芳徳

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 研磨材

(57) 【要約】

【課題】 研磨性、耐傷つき性等の研磨特性及び透明性に優れた研磨材及び該研磨材を含有してなる洗浄剤を提供すること。

【解決手段】 トリジマイト及び／又はクリストバライトの結晶相を有する結晶からなる研磨材、並びに該研磨材を含有してなる洗浄剤。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 トリジマイト及び／又はクリストバライトの結晶相を有する結晶からなる研磨材。

【請求項2】 トリジマイト及びクリストバライトの結晶相を有する結晶であってトリジマイトの結晶相の比率が50重量%以上である請求項1記載の研磨材。

【請求項3】 トリジマイト及び／又はクリストバライトの結晶相を有する結晶の平均粒径が0.1～2.2μmである請求項1又は2記載の研磨材。

【請求項4】 トリジマイト及び／又はクリストバライトの結晶相を有する結晶の結晶子サイズが5～200nmである請求項1～3いずれか記載の研磨材。

【請求項5】 請求項1～4いずれか記載の研磨材を含有してなる洗浄剤。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、研磨材に関する。さらに詳しくは、研磨性、耐傷つき性等の研磨特性及び透明性に優れた研磨材並びに該研磨材を含有してなる洗浄剤に関する。

## 【0002】

【従来の技術】 研磨材として、アルミナ、石英、セリア等の硬質金属酸化物、カオリン、ゼオライト等の粘土鉱物、炭化ケイ素等の炭化物が知られている。これらを洗浄剤等に配合した場合、洗浄剤の透明さは損なわれ、商品価値が低下する。例えば、アルミナ、石英、セリア及びゼオライトを配合した溶液は白濁した状態となる。また炭化ケイ素やカオリンの場合もこれを配合した溶液は、不透明な灰色化あるいは茶色～黄色に着色する。

【0003】 これらの欠点を解決する手段として、例えば、特開平5-208808号公報に比表面積の大きい非晶質シリカ、及び特開平8-12319号公報に多孔質のアルミノシリケートが開示されている。しかしながら、これらの研磨材は、いずれも透明性に優れたものの、非晶質あるいは微細な一次粒子が凝集したものであるため、研磨特性が劣るという欠点がある。

## 【0004】

【発明が解決しようとする課題】 本発明の目的は、研磨性、耐傷つき性等の研磨特性及び透明性に優れた研磨材及び該研磨材を含有してなる洗浄剤を提供することにある。

## 【0005】

【課題を解決するための手段】 即ち、本発明は、〔1〕 トリジマイト及び／又はクリストバライトの結晶相を有する結晶からなる研磨材、並びに〔2〕 前記研磨材を含有してなる洗浄剤、に関する。

## 【0006】

【発明の実施の形態】 本発明の研磨材は、トリジマイト及び／又はクリストバライトの結晶相を有する結晶（以下、結晶という）からなるものである。

【0007】 本発明においては、前記結晶を用いることに一つの大きな特徴があり、このような結晶を用いることにより、研磨性、耐傷つき性等の研磨特性及び透明性に優れた研磨材を得ることができるという優れた効果が発現される。なお、ここで「透明性」とは、研磨材を製品に配合した場合、実質的に透明である特性をいう。

【0008】 結晶は、透明性の観点から、トリジマイト及び／又はクリストバライトの結晶相を含有するものでなければならない。

【0009】 結晶中におけるトリジマイトの結晶相の比率は、透明性の観点から、50～100重量%が好ましく、70～100重量%がより好ましい。また、クリストバライトの結晶相の比率は、透明性の観点から、0～50重量%が好ましく、0～30重量%がより好ましい。

【0010】 なお、結晶中のトリジマイト及びクリストバライトの同定は、結晶のX線回折パターンをトリジマイトはJCPDS No. 18-1170に、クリストバライトはJCPDS No. 39-1425にそれぞれ対比させることにより求めることができる。また、トリジマイトの結晶相とクリストバライトの結晶相の比率は、クリストバライトの結晶相を示す回折ピークとトリジマイトの結晶相を示す回折ピークとの強度比で求めることができる。

【0011】 結晶の平均粒径は、分散性及び耐傷つき性の観点から、0.1～2.2μmが好ましく、0.1～1.5μmがより好ましい。なお、結晶の平均粒径は、分散媒にイオン交換水を用い（株）堀場製作所製「ルーザ回折／散乱粒度分布測定装置LSA700」で測定した。

【0012】 結晶の結晶子サイズは、研磨性及び耐傷つき性の観点から5～200nmが好ましく、5～50nmがより好ましい。なお、結晶の結晶子サイズは、Scherrerの方法を用いて計算した。その計算には、以下の式を用いた。

## 【0013】

## 【数1】

$$D(\text{結晶子サイズ}) = \frac{\kappa \lambda}{\beta \cos \theta}$$

【0014】 なお、式中、 $\kappa$ は0.89、 $\lambda$ はX線の波長、 $\beta$ は半値幅、 $\theta$ は回折角を示す。なお、 $\theta$ については、石英、クリストバライトは $2\theta = 26.6^\circ$ 及び $22.0^\circ$ 付近の回折体によるピーク、トリジマイトは $2\theta = 20.5^\circ$ 付近の回折体によるピークによった。

【0015】 結晶の色としては、特に限定はないが、白色が好ましい。

【0016】 結晶の製造方法は、公知の方法であればよく特に限定されない。例えば、出発原料としてシリカ（SiO<sub>2</sub>）原料を用い、The American Ceramic Society 刊行 Phase Diagrams for Ceramist (1964) の84頁

の図153、87頁の図167、168頁の図94、図192及び104頁の図237の状態図を参考に炭酸カルシウム、炭酸ソーダ、水酸化カルシウム、水酸化ナトリウム等のアルカリ金属、アルカリ土類金属化合物等と混合して焼成する方法を用いることができる。

【0017】シリカ原料として、ケイ砂、ケイ石又はそれらを混品する鉱物、溶融シリカ等を任意に用いることができる。また、シリカ原料の純度は、着色原因となる遷移金属等の不純物が少なく、 $\text{SiO}_2$ 分が95重量%以上であるものが好ましい。

【0018】焼成の温度及び時間は、使用するシリカ原料の種類等により異なるが、800～1500℃程度、0.1～2.4時間程度が好ましい。

【0019】また、得られた焼成物をボールミル、ハンマーミル、ジェットミル等を用いて粉砕し、さらに粉砕物を篩、サイクロン、水びねにより分級して研磨材を得ることができる。

【0020】このようにして得られた研磨材は、水やグリセリンを媒体とする透明又は半透明で液状又はペースト状の金属洗浄剤、歯磨き、食器用洗剤、バス、トイレ用洗浄剤、車塗装面洗浄剤等の洗浄剤に好適に用いることができる。

【0021】洗浄剤中の研磨材の含有量は、洗浄剤の種類により一概に限定できないが、例えば、食器、住宅用洗浄剤の場合、1～90重量%が好ましく、2～50重量%がより好ましい。

【0022】また、洗浄剤には、洗浄剤の用途に応じて、界面活性剤、増粘剤、香料、着色剤等の添加剤を適宜配合することができる。

【0023】

【実施例】実施例1

ケイ石粉末（平均径11.1 $\mu\text{m}$ 、純度98.8%）100gと炭酸カルシウム（神島化学工業（株）製、「軽質炭酸カルシウム」）5gを混合し、1400℃で4時間焼成した。得られた焼成物を粉砕し、400メッシュ篩を通して、研磨材を得た。得られた研磨材は白色で、そのX線回折パターンは、JCPDS No. 39-1425に相当していた（クリストバライトの結晶相の比率：100%）。また、その平均粒径は12.3 $\mu\text{m}$ であった。結晶子サイズは32.5nmであった。

【0024】実施例2

実施例1で用いたケイ石粉末100gと炭酸ソーダ（試薬）9.2gを混合し、1400℃で4時間焼成した。焼成物を粉砕し、400メッシュ篩を通して、研磨材を得た。得られた研磨材は白色で、そのX線回折パターンは、JCPDS No. 18-1170と39-1425に相当していた（トリジマイトの結晶相の比率：35%、クリストバライトの結晶相の比率：65%）。また、その平均粒径は13.2 $\mu\text{m}$ であった。結晶子サイズは32.4nmであった。

【0025】実施例3

溶融石英粉末（電気化学（株）製、平均粒径13.5 $\mu\text{m}$ ）100gと実施例2で用いた炭酸ソーダ4.6gを混合し、1200℃で4時間焼成した。焼成物を粉砕し、400メッシュ篩を通して、研磨材を得た。得られた研磨材は、白色で、そのX線回折パターンは、JCPDS No. 18-1170に相当していた（トリジマイトの結晶相の比率：100%）。また、その平均粒径は8.8 $\mu\text{m}$ であった。結晶子サイズは28nmであった。

【0026】実施例1～3で得られた研磨材の研磨特性及び透明性について以下の方法に基づき評価した。なお、比較例として、石英粉（ケイ石粉、平均粒径：12.2 $\mu\text{m}$ ：比較例1）、非晶質シリカ（平均粒径8.3 $\mu\text{m}$ 、富士シリシア（株）製、「サイロビュア35」：比較例2）を用いた。

【0027】研磨特性は、実施例1～3及び比較例1～2で得られた10gをイオン交換水40gに懸濁し、その懸濁液をステンレス板とウレタン板に挟み、ウレタン板をストローク100mmで1000回撓動させた後のステンレス板の研磨量及び表面粗さを測定することにより評価した。なお、ステンレス板の表面粗さは、（株）小坂研究所製、表面粗さ測定器「サーフコーダSE-30H型」を用い、基準長さ8mmの条件で測定した。

【0028】また、透明性は、グリセリンとイオン交換水が17：3の重量比で配合したモデル溶媒に研磨材を分散させ、濁度計で得られた分散液の光透過率を測定することにより評価した。その結果を表1に示す。

【0029】なお、表中、研磨特性について、「○」は、研磨量が1.0mg以上、かつ表面粗さが0.1 $\mu\text{m}$ 未満のもの、「△」は、研磨量が1.0mg以上、かつ表面粗さが0.1 $\mu\text{m}$ 以上のもの、「×」は、研磨量が1.0mg未満のものをそれぞれ意味する。

【0030】また、透明性について、「○」は、光透過率が30%以上のもの、「△」は、光透過率が20%以上、30%未満のもの、「×」は、光透過率が20%未満のものをそれぞれ意味する。

【0031】

【表1】

	研磨量 (mg)	表面粗さ ( $\mu\text{m}$ )	研磨特性	光透過率 (%)	透明性
実施例1	2.0	0.07	○	24	△
実施例2	1.5	0.08	○	42	○
実施例3	2.0	0.06	○	41	○
比較例1	2.0	0.11	△	3	×
比較例2	0.2	0.07	×	49	○

【0032】以上の結果より、実施例1～3で得られた研磨材は、いずれも比較例1の研磨材に比べ、研磨特性

及び透明性に優れており、比較例2の研磨材に比べ透明性は同レベルであるが、研磨特性に優れていることがわかる。

【0033】

【発明の効果】本発明で得られた研磨材は、研磨性、耐

傷つき性等の研磨特性及び透明性に優れたものであり、そのため、透明又は半透明で液状又はペースト状の金属洗淨剤、歯磨き、食器用洗剤、バス、トイレ用洗淨剤、車装表面用洗淨剤の研磨材として有用である。

---

フロントページの続き

(72)発明者 澤田 拓也  
和歌山市湊1334番地 花王株式会社研究所  
内

Fターム(参考) 4G072 AA25 AA35 BB05 DD03 DD04  
DD05 GG02 HH14 HH23 HH36  
MM01 MM02 MM26 MM36 RR13  
TT01 TT30 UU30  
4H003 BA10 DA06 DA08 DA09 DA17  
DA20 EA24 EA25 EA27 FA05  
FA10 FA15